

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 787 325

(21) N° d'enregistrement national :

98 15949

(51) Int Cl<sup>7</sup> : A 61 K 9/107, A 61 K 7/48, 7/06

(12)

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 17.12.98.

(30) Priorité :

(43) Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 23.06.00 Bulletin 00/25.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : Se reporter à la fin du  
présent fascicule

(60) Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

(71) Demandeur(s) : L'OREAL Société anonyme — FR.

(72) Inventeur(s) : SIMONNET JEAN THIERRY, SONNE-  
VILLE ODILE et LEGRET SYLVIE.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : L'OREAL.

(54) NANOEMULSION A BASE D'ESTERS GRAS DE SORBITAN OXYETHYLENES OU NON OXYETHYLENES, ET  
SES UTILISATIONS DANS LES DOMAINES COSMETIQUE, DERMATOLOGIQUE ET/OU  
OPHTALMOLOGIQUE.

(57) La présente invention se rapporte à une nanoémulsion dont les globules d'huile ont une taille moyenne inférieure à 100 nm, contenant (1) un tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, choisi parmi les esters gras de sorbitan et les esters gras de sorbitan oxyéthénés, (2) au moins une huile ayant un poids moléculaire supérieur à 400 et (3) au moins un lipide amphiphile ionique choisi dans le groupe formé par les sels alcalins du dicetyl-étdu dimyristyl-phosphate, les sels alcalins du cholestérol sulfate, les sels alcalins du cholestérol phosphate, les lipoaminoacides, les sels de sodium de l'acide phosphatidique, les lipides amphiphiles cationiques et les dérivés alkylsulfoniques, le rapport en poids de la quantité de phase huileuse sur la quantité de tensioactif allant de 2 à 10.

Le tensioactif utilisé est par exemple choisi parmi le monostéarate de sorbitan, le monopalmitate de sorbitan et le tristéarate de sorbitan 20 OE.

L'émulsion obtenue est transparente et stable au stockage. Elle peut contenir des quantités importantes d'huile tout en conservant une bonne transparence et en ayant de bonnes propriétés cosmétiques.

L'invention se rapporte aussi à l'utilisation de la nanoé-

mulsion selon l'invention dans les domaines cosmétique et dermatologique, en particulier pour l'hydratation de la peau et/ou des muqueuses, ainsi que pour le traitement des cheveux, et dans le domaine ophtalmologique en collyre pour le traitement des yeux.

FR 2 787 325 - A1



La présente invention concerne une nanoémulsion à base d'un tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, choisi parmi les esters gras de sorbitan et les esters gras de sorbitan oxyéthylénés, d'au moins une huile ayant un poids moléculaire supérieur à 400 et d'au moins un lipide amphiphile ionique,

5 le rapport en poids de la quantité de phase huileuse sur la quantité de tensioactif allant de 2 à 10.

L'invention se rapporte aussi au procédé de préparation de la dite nanoémulsion et à ses utilisations dans les domaines cosmétique, dermatologique et/ou 10 ophtalmologique. Cette nanoémulsion est stable au stockage et peut contenir des quantités importantes d'huile tout en conservant une bonne transparence et en ayant de bonnes propriétés cosmétiques.

Les nanoémulsions sont des émulsions huile-dans-eau dont les globules d'huile 15 ont une granulométrie très fine, c'est-à-dire une taille moyenne en nombre, inférieure à 100 nm. Elles sont généralement fabriquées par fragmentation mécanique d'une phase huileuse dans une phase aqueuse en présence de tensioactif. Dans le cas des nanoémulsions, la très petite taille des globules huileux est obtenue notamment grâce à au moins un passage dans un 20 homogénéiseur haute-pression. La petite taille des globules leur confère des propriétés intéressantes sur le plan cosmétique, qui les distinguent des émulsions classiques : elles sont transparentes et présentent une texture originale. Elles peuvent également véhiculer les actifs de façon plus efficace.

25 On connaît dans l'état de la technique des microémulsions transparentes. Les microémulsions ne sont pas à proprement parler des émulsions, contrairement aux nanoémulsions ; ce sont des solutions transparentes de micelles gonflées par de l'huile qui est en général à chaîne très courte (ex : hexane, décane) et qui est solubilisée grâce à la présence conjointe d'une quantité importante de tensioactifs 30 et de co-tensioactifs formant les micelles. La taille des micelles gonflées est très petite en raison de la faible quantité d'huile qu'elles peuvent solubiliser. Cette très petite taille des micelles est la cause de leur transparence comme pour les nanoémulsions. Cependant, contrairement aux nanoémulsions, les microémulsions se forment spontanément par mélange des constituants sans 35 apport d'énergie mécanique autre qu'une simple agitation magnétique. Les inconvénients majeurs des microémulsions sont liés à leur forte proportion en tensioactifs, conduisant à des intolérances et entraînant un toucher collant lors de l'application sur la peau. Par ailleurs, leur domaine de formulation est en général très étroit et leur stabilité en température très limitée.

40 En outre, on connaît dans l'état de la technique des nanoémulsions comprenant une phase lipidique amphiphile constituée de phospholipides, d'eau et d'huile. Ces émulsions présentent l'inconvénient d'être instables au stockage aux températures traditionnelles de conservation, à savoir entre 0 et 45°C. Du fait de 45 la présence de phospholipides, ces nanoémulsions conduisent à des compositions jaunes et produisent des odeurs de rance qui se développent après quelques jours de conservation.

On connaît aussi des nanoémulsions stabilisées par un enrobage cristal liquide lamellaire obtenu par l'association d'un tensioactif hydrophile et d'un tensioactif lipophile. Toutefois, ces associations sont délicates à déterminer. De plus, les nanoémulsions obtenues présentent un toucher cireux et filmogène, peu agréable

5 pour l'utilisateur.

Par ailleurs, le document EP-A-728 460 décrit des nanoémulsions à base de lipides amphiphiles non-ioniques fluides. Toutefois, ces nanoémulsions présentent l'inconvénient d'avoir un effet collant lors de l'application sur la peau.

10

Il subsiste donc le besoin de nanoémulsions n'ayant ni les inconvénients de celles de l'art antérieur ni les inconvénients des microémulsions.

15

La demanderesse a maintenant découvert, de façon inattendue, que l'utilisation d'un tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, choisi parmi les esters gras de sorbitan et les esters gras de sorbitan oxyéthylénés, et d'au moins une huile ayant un poids moléculaire supérieur à 400 (= 400 grammes par mole) permettait d'obtenir de nouvelles nanoémulsions exemptes de phospholipides et présentant tous les avantages des nanoémulsions connues 20 sans leurs inconvénients.

25

La présente invention a pour objet une nanoémulsion comportant une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse et ayant des globules d'huile dont la taille moyenne en nombre est inférieure à 100 nm, caractérisée en ce qu'elle contient (1) un tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, choisi parmi les esters gras de sorbitan et les esters gras de sorbitan oxyéthylénés, (2) au moins une huile ayant un poids moléculaire supérieur à 400 et (3) au moins un lipide amphiphile ionique choisi dans le groupe formé par les sels alcalins du dicetyl- et du dimyristyl-phosphate, les sels alcalins du cholestérol 30 sulfate, les sels alcalins du cholestérol phosphate, les lipoaminoacides, les sels de sodium de l'acide phosphatidique, les lipides amphiphiles cationiques et les dérivés alkylsulfoniques, le rapport en poids de la quantité de phase huileuse sur la quantité de tensioactif allant de 2 à 10.

35

Les nanoémulsions selon l'invention ont généralement un aspect transparent à bleuté. Leur transparence se mesure par un coefficient de transmittance à 600 nm allant de 10 à 90 % ou bien par une turbidité allant de 60 à 600 NTU et de préférence de 70 à 300 NTU, turbidité mesurée au turbidimètre portatif HACH - Modèle 2100 P.

40

Les globules d'huile des nanoémulsions de l'invention ont une taille moyenne en nombre inférieure à 100 nm et de préférence allant de 20 à 75 nm et plus préférentiellement de 40 à 60 nm. La diminution de la taille des globules permet de favoriser la pénétration des actifs dans les couches superficielles de la peau (effet véhicule).

Le tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, utilisable dans la nanoémulsion de l'invention est un ester gras de sorbitan ou un ester gras de

sorbitan oxyéthyléné, ce qui signifie que la nanoémulsion de l'invention ne contient qu'un tensioactif choisi parmi ces esters et qu'elle est exempte de tout tensioactif autre que les esters gras de sorbitan oxyéthylénés ou non oxyéthylénés.

5

Les esters gras de sorbitan, utilisables comme tensioactifs dans la nanoémulsion selon l'invention sont solides à une température inférieure ou égale à 45°C et sont choisis dans le groupe comprenant les esters d'acide gras en C<sub>16</sub>-C<sub>22</sub> et de sorbitan et les esters d'acide gras en C<sub>16</sub>-C<sub>22</sub> et de sorbitan oxyéthylénés. Ils sont formés d'au moins un acide gras comportant au moins une chaîne alkyle linéaire saturée, ayant respectivement de 16 à 22 atomes de carbone, et de sorbitol ou de sorbitol éthoxylé. Les esters oxyéthylénés comportent généralement de 1 à 100 unités d'éthylène glycol et de préférence de 2 à 40 unités d'oxyde d'éthylène (OE). On peut utiliser un ou plusieurs de ces esters gras de sorbitan.

10

Ces esters peuvent être notamment choisis parmi les stéarates, bénates, arachidates, palmitates, et leurs mélanges. On utilise de préférence des stéarates et palmitates.

15

On peut citer à titre d'exemple de tensioactif utilisable dans la nanoémulsion de l'invention, le monostéarate de sorbitan (nom CTFA : Sorbitan stearate) vendu par la société ICI sous la dénomination Span 60, le monopalmitate de sorbitan (nom CTFA : Sorbitan palmitate) vendu par la société ICI sous la dénomination Span 40, le tristéarate de sorbitan 20 OE (nom CTFA : Polysorbate 65) vendu par la société ICI sous la dénomination Tween 65.

La quantité de tensioactif dans la nanoémulsion de l'invention peut aller par exemple de 0,2 à 15 % en poids et de préférence de 1 à 8 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.

20

Le rapport en poids de la quantité de la phase huileuse sur la quantité de tensioactif va de 2 à 10 et, de préférence, de 3 à 6. On entend ici par "quantité de phase huileuse" la quantité totale des constituants de cette phase sans inclure la quantité de tensioactif.

25

La nanoémulsion selon l'invention contient au moins une huile de poids moléculaire supérieur à 400. Les huiles de poids moléculaire supérieur à 400 peuvent être choisies parmi les huiles d'origine animale ou végétale, les huiles minérales, les huiles de synthèse et les huiles de silicone, et leurs mélanges.

30

Comme huiles de ce type, on peut citer par exemple le palmitate d'isocétyle, le stéarate d'isocétyle, l'huile d'avocat, l'huile de jojoba.

35

En outre, la phase huileuse peut éventuellement contenir d'autres huiles et notamment des huiles ayant un poids moléculaire inférieur à 400. Ces huiles sont choisies également parmi les huiles d'origine animale ou végétale, les huiles minérales, les huiles de synthèse et les huiles de silicone. On peut citer par exemple comme huiles de poids moléculaire inférieur à 400, l'isododécane,

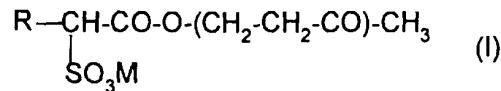
l'isoctadécane, les huiles de silicone volatiles, le myristate d'isopropyle, le palmitate d'isopropyle, l'isoparaffine C11-C13.

5 La phase huileuse peut contenir également des corps gras autres que les huiles indiquées ci-dessus, tels que les alcools gras comme les alcools stéarylque, cétilyque, bénénique, les acides gras comme les acides stéarique, palmitique et bénénique, les huiles fluorées, les cires, les gommes et leurs mélanges.

10 Les nanoémulsions conformes à l'invention comportent une quantité de phase huileuse allant de préférence de 2 à 40 % et mieux de 5 à 30 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion, la proportion d'huile(s) ayant un poids moléculaire supérieur à 400 représentant de préférence au moins 40 % en poids de la phase huileuse.

15 20 Les lipoaminoacides pouvant être utilisés dans les nanoémulsions de l'invention comme lipides amphiphiles ioniques peuvent être plus particulièrement choisis parmi les acylglutamates mono- et di-sodiques comme le sel disodique de l'acide N-stéaryl L-glutamique commercialisé sous la dénomination Acylglutamate HS21 par la société AJINOMOTO.

25 Les dérivés alkylsulfoniques pouvant être utilisés dans les nanoémulsions de l'invention comme lipides amphiphiles ioniques peuvent être plus particulièrement choisis parmi les dérivés alkylsulfoniques de formule (I) suivante :



25

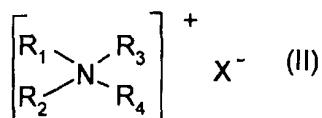
dans laquelle R représente un radical alkyle comportant de 16 à 22 atomes de carbone, en particulier les radicaux  $C_{16}H_{33}$  et  $C_{18}H_{37}$  pris en mélange ou séparément, et M est un métal alcalin tel que le sodium.

30

Les lipides amphiphiles cationiques pouvant être utilisés dans les nanoémulsions de l'invention comme lipides amphiphiles ioniques peuvent être plus particulièrement choisis dans le groupe formé par les sels d'ammonium quaternaire, les amines grasses et leurs sels.

35

Les sels d'ammonium quaternaires sont par exemple :  
- ceux qui présentent la formule générale (II) suivante :

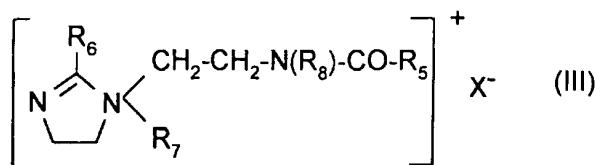


40

dans laquelle les radicaux  $R_1$  à  $R_4$ , qui peuvent être identiques ou différents, représentent un radical aliphatique, linéaire ou ramifié, comportant de 1 à 30 atomes de carbone, ou un radical aromatique tel que aryle ou alkylaryle. Les

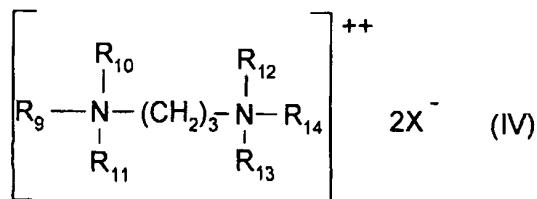
radicaux aliphatiques peuvent comporter des hétéroatomes tels que notamment l'oxygène, l'azote, le soufre, les halogènes. Les radicaux aliphatiques sont par exemple choisis parmi les radicaux alkyle, alcoxy, polyoxyalkylène(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>), alkylamide, alkyl(C<sub>12</sub>-C<sub>22</sub>)amido alkyle(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>), alkyl(C<sub>12</sub>-C<sub>22</sub>)acétate, hydroxyalkyle, 5 comportant environ de 1 à 30 atomes de carbone ; X est un anion choisi dans le groupe des halogénures, phosphates, acétates, lactates, alkyl(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)sulfates, alkyl-ou-alkylarylsulfonates. Comme sels d'ammonium quaternaire de formule (II), on préfère, d'une part, les chlorures de tétraalkylammonium comme par exemple les chlorures de dialkyldiméthylammonium ou d'alkyltriméthylammonium, dans 10 lesquels le radical alkyle comporte environ de 12 à 22 atomes de carbone, en particulier les chlorures de bêhenyltriméthylammonium, de distéaryltriméthylammonium, de cétyltriméthylammonium, de benzyl diméthyl stéaryl-ammonium ou encore, d'autre part, le chlorure de stéaramidopropyldiméthyl (myristyl acetate) ammonium vendu sous la dénomination «CERAPHYL 70» par la société VAN 15 DYK.

- les sels d'ammonium quaternaire de l'imidazolinium, comme par exemple ceux de formule (III) suivante :



dans laquelle R<sub>5</sub> représente un radical alcényle ou alkyle comportant de 8 à 30 atomes de carbone, par exemple dérivé des acides gras du suif ; R<sub>6</sub> représente un atome d'hydrogène, un radical alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone ou un radical alcényle ou alkyle comportant de 8 à 30 atomes de carbone ; R<sub>7</sub> représente un radical alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone ; R<sub>8</sub> représente un atome d'hydrogène, un radical alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone ; X est un anion choisi dans le groupe des halogénures, phosphates, acétates, lactates, alkylsulfates, alkyl-ou-alkylarylsulfonates. De préférence, R<sub>5</sub> et R<sub>6</sub> désignent un mélange de radicaux alcényle ou alkyle comportant de 12 à 21 atomes de carbone, par exemple dérivés des acides gras du suif, R<sub>7</sub> désigne un radical méthyle, R<sub>8</sub> désigne l'hydrogène. Un tel produit est par exemple vendu sous la dénomination «REWOQUAT W 75» par la société REWO.

35 - les sels de diammonium quaternaire de formule (IV) suivante :



dans laquelle  $R_6$  désigne un radical aliphatique comportant environ de 16 à 30 atomes de carbone ;  $R_7$ ,  $R_8$ ,  $R_9$ ,  $R_{10}$ , et  $R_{11}$  sont choisis parmi l'hydrogène ou un radical alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone ; et  $X$  est un anion choisi dans le groupe des halogénures, acétates, phosphates, nitrates et méthylsulfates.

5 De tels sels de diammonium quaternaire comprennent notamment le dichlorure de propanesulfonate de diammonium.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, on utilise comme lipide amphiphile ionique un lipoaminoacide ou un sel d'ammonium quaternaire.

10 Les lipides ioniques amphiphiles peuvent être introduits dans l'une ou l'autre phase de la nanoémulsion. Lorsqu'ils sont présents dans la nanoémulsion de l'invention, ils peuvent être utilisés dans des concentrations allant de préférence de 0,01 à 5 % en poids et plus particulièrement de 0,25 à 1 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.

15

Les émulsions conformes à la présente invention peuvent contenir des additifs pour améliorer la transparence de la formulation.

20 Ces additifs sont choisis de préférence dans le groupe formé par :

- les alcools inférieurs comportant de 1 à 8 atomes de carbone et plus particulièrement de 2 à 6 atomes de carbone, tels que l'éthanol ;
- les glycols tels que la glycérine, le propylène glycol, le 1,3- butylène glycol, le dipropylène glycol, le pentylène glycol, l'isoprène glycol et les polyéthyléneglycols

25 comportant de 4 à 16 et de préférence de 8 à 12 unités d'oxyde d'éthylène ;

- les sucres tels que le glucose, le fructose, le maltose, le lactose, le sucre.

Ces additifs peuvent être utilisés en mélange. Lorsqu'ils sont présents dans la nanoémulsion de l'invention, ils peuvent être utilisés à des concentrations allant de préférence de 0,01 à 30 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion, et mieux de 5 à 20 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion. La quantité d'alcool(s) et/ou de sucre(s) va de préférence de 5 à 20 % en poids en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion et la quantité de glycol(s) va de préférence de 5 à 15 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.

35

En outre, l'utilisation des alcools tels que définis ci-dessus, à des concentrations supérieures ou égales à 15 % en poids permet d'obtenir des émulsions sans conservateur.

40 Les nanoémulsions définies ci-dessus peuvent être utilisées dans tout domaine où ce type de composition est utile. Elles peuvent constituer notamment des compositions à usage topique et notamment cosmétiques ou dermatologiques. Elles peuvent aussi être utilisées comme supports ophtalmiques. Elles peuvent en outre constituer dans le domaine pharmaceutique une composition pharmaceutique qui peut être administrée par voie orale, parentérale ou transcutanée.

45

Un autre objet de l'invention consiste donc en une composition à usage topique, caractérisée en ce que qu'elle contient une nanoémulsion telle que définie précédemment.

5 Une composition à usage topique ou pharmaceutique contient un milieu physiologiquement acceptable, c'est-à-dire compatible avec la peau, les muqueuses, le cuir chevelu, les yeux et/ou les cheveux.

10 L'invention a aussi pour objet un support ophtalmique, caractérisé en ce qu'il contient une nanoémulsion telle que définie précédemment.

L'invention a aussi pour objet une composition pharmaceutique, caractérisée en ce qu'elle contient une nanoémulsion telle que définie précédemment.

15 Les nanoémulsions de l'invention peuvent contenir des actifs hydrosolubles ou liposolubles ayant une activité cosmétique, dermatologique ou ophtalmique. Les actifs liposolubles sont dans les globules huileux de l'émulsion, tandis que les actifs hydrosolubles sont dans la phase aqueuse de l'émulsion. On peut citer, à titre d'exemples d'actifs, les vitamines telles que la vitamine E, et leurs dérivés et 20 en particulier leurs esters, les provitamines telles que le panthénol, les humectants et les filtres solaires.

25 Comme actifs ophtalmiques, on peut citer par exemple les agents anti-glaucome, tels que le betaxolol ; les antibiotiques tels que l'acyclovir ; les antiallergiques ; les agents anti-inflammatoires tels que l'ibuprofène et ses sels, le diclofénac et ses sels, l'indométhacine ; les agents antiviraux.

30 Les nanoémulsions conformes à l'invention peuvent se présenter sous forme de lotion, de sérum, de crème, de lait ou d'eau de toilette et peuvent contenir des adjuvants habituellement utilisés dans les domaines cosmétique, dermatologique et ophtalmique, tels que par exemple les gélifiants, les conservateurs, les antioxydants et les parfums. Elles peuvent aussi se présenter sous forme de 35 collyre, en particulier pour les applications ophtalmologiques.

35 Parmi les gélifiants utilisables, on peut citer les dérivés de cellulose, les dérivés d'algues, les gommes naturelles et les polymères synthétiques tels que les polymères et copolymères d'acides carboxyvinyliques comme ceux commercialisés sous la dénomination CARBOPOL par la société GOODRICH.

40 L'invention a aussi pour objet un procédé de préparation d'une nanoémulsion telle que définie ci-dessus, ce procédé consistant à mélanger la phase aqueuse et la phase huileuse sous agitation vive, à une température allant de 10 à 80°C, puis à effectuer une homogénéisation à une pression allant de préférence de  $6.10^7$  Pa à 45  $18.10^7$  Pa (homogénéisation haute pression). Le cisaillement va de préférence de  $2.10^6$  s<sup>-1</sup> à  $5.10^8$  s<sup>-1</sup> et mieux de  $1.10^8$  s<sup>-1</sup> à  $3.10^8$  s<sup>-1</sup> (s<sup>-1</sup> signifie seconde<sup>-1</sup>).

La nanoémulsion de l'invention peut être par exemple utilisée pour le soin, le traitement, le maquillage de la peau, du visage et/ou du cuir chevelu.

L'invention a donc aussi pour objet l'utilisation cosmétique de la nanoémulsion telle que définie ci-dessus pour le soin, le traitement et/ou le maquillage de la peau, du visage et/ou du cuir chevelu.

5

En outre, la nanoémulsion de l'invention peut aussi être utilisée pour le soin et/ou le traitement des cheveux. Elle permet d'obtenir un dépôt d'huile sur les cheveux, ce qui rend ceux-ci plus brillants, plus résistants au coiffage, sans toutefois les alourdir. Elle permet aussi, en prétraitement d'améliorer les effets de la coloration ou de la permanente.

10

L'invention a donc aussi pour objet l'utilisation cosmétique de la nanoémulsion telle que définie ci-dessus pour le soin et/ou le traitement des cheveux.

15 La nanoémulsion selon l'invention permet notamment une bonne hydratation de la peau, des muqueuses et/ou du cuir chevelu, et est particulièrement adaptée au traitement de la peau sèche.

20 Un autre objet de l'invention est donc un procédé cosmétique de soin et/ou d'hydratation de la peau, des muqueuses et/ou du cuir chevelu, caractérisé en ce qu'on applique sur la peau, les muqueuses et/ou sur le cuir chevelu une nanoémulsion telle que définie ci-dessus.

25 L'invention porte également sur l'utilisation de la nanoémulsion selon l'invention pour la fabrication d'une composition dermatologique destinée au traitement de la peau sèche.

30 Enfin, l'invention porte aussi sur l'utilisation de la nanoémulsion selon l'invention pour la fabrication d'une composition ophtalmologique.

35

Les exemples qui suivent permettront de mieux comprendre l'invention, sans toutefois présenter un caractère limitatif. Les quantités indiquées sont en % en poids.

35

### **Exemple 1 : Fluide démaquillant**

| <i>Phase huileuse :</i> |   |       |
|-------------------------|---|-------|
| 40                      | - Tween 65 (Société ICI)  | 4,5 % |
|                         | - Sel disodique de l'acide N-Stéaroyl L-glutamique (Acylglutamate HS21 de la société AJINOMOTO) | 0,5 % |
|                         | - Stéarate d'isocétyle (P.M. = 508)   | 10 %  |
|                         | - Myristate d'isopropyle (P.M. = 270)   | 5 %   |
| <i>Phase aqueuse :</i>  |   |       |
| 45                      | - Glycérine   | 5 %   |
|                         | - Dipropylène glycol  | 10 %  |
|                         | - Eau   | 65 %  |

On obtient une nanoémulsion transparente dont la taille des globules est de 44 nm et la turbidité de 168 NTU.

5

### Exemple 2 : Soin capillaire

*Phase huileuse :*

|    |  |    |   |
|----|--|----|---|
| 10 | - Span 60 (Société ICI)                | 4  | % |
|    | - Chlorure de béhenyltriméthylammonium | 1  | % |
|    | - Huile d'avocat (P.M. d'environ 900)  | 10 | % |
|    | - Huile de silicone volatile           | 5  | % |

*Phase aqueuse :*

|    |                      |    |   |
|----|----------------------|----|---|
| 15 | - Glycérine          | 5  | % |
|    | - Dipropylène glycol | 10 | % |
|    | - Eau                | 65 | % |

On obtient une nanoémulsion transparente dont la taille des globules est de 50 nm et la turbidité de 180 NTU.

## REVENDICATIONS

1. Nanoémulsion comportant une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse et ayant des globules d'huile dont la taille moyenne en nombre est inférieure à 100 nm, caractérisée en ce qu'elle contient (1) un tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, choisi parmi les esters gras de sorbitan et les esters gras de sorbitan oxyéthylénés, (2) au moins une huile ayant un poids moléculaire supérieur à 400 et (3) au moins un lipide amphiphile ionique choisi dans le groupe formé par les sels alcalins du dicetyl- et du dimyristyl-phosphate, les sels alcalins du cholestérol sulfate, les sels alcalins du cholestérol phosphate, les lipoaminoacides, les sels de sodium de l'acide phosphatidique, les lipides amphiphiles cationiques et les dérivés alkylsulfoniques, le rapport en poids de la quantité de phase huileuse sur la quantité de tensioactif allant de 2 à 10.
2. Nanoémulsion selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle a une turbidité allant de 60 à 600 NTU.
3. Nanoémulsion selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que la quantité de tensioactif va de 0,2 à 15 % en poids et de préférence de 1 à 8 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.
4. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le rapport en poids de la quantité de phase huileuse sur la quantité de tensioactif va de 3 à 6.
5. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que les globules d'huile ont une taille moyenne allant de 20 à 75 nm.
6. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le tensioactif est choisi dans le groupe comprenant les esters d'acide gras en C<sub>16</sub>-C<sub>22</sub> et de sorbitan, les esters d'acide gras en C<sub>16</sub>-C<sub>22</sub> et de sorbitan oxyéthylénés.
7. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le tensioactif est choisi dans le groupe comprenant le monostéarate de sorbitan, le monopalmitate de sorbitan, le tristéarate de sorbitan 20 OE.
8. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'huile de poids moléculaire supérieur à 400 est choisie parmi les huiles d'origine animale ou végétale, les huiles minérales, les huiles de synthèse et les huiles de silicone, et leurs mélanges.
9. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase huileuse contient en outre au moins une huile ayant un poids moléculaire inférieur à 400.

10. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase huileuse contient au moins 40 % en poids d'huile(s) ayant un poids moléculaire supérieur à 400, par rapport au poids total de la phase huileuse.

5 11. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la quantité de phase huileuse va de 2 à 40 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.

10 12. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le lipide amphiphile ionique est choisi dans le groupe formé par les acylglutamates mono- et di-sodiques, les dérivés alkylsulfoniques de formule (I) :

15

$$\begin{array}{c}
 \text{R}-\text{CH}-\text{CO}-\text{O}-(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CO})-\text{CH}_3 \\
 | \\
 \text{SO}_3\text{M}
 \end{array} \quad (\text{I})$$

16 dans laquelle R représente des radicaux alkyle en C<sub>16</sub>-C<sub>22</sub>, pris en mélange ou séparément et M est un métal alcalin ; les sels d'ammonium quaternaire ; les amines grasses et leurs sels ; et leurs mélanges.

20 13. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la quantité de lipide(s) amphiphile(s) ionique(s) va de 0,01 à 5 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.

25 14. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle contient un additif permettant d'améliorer la transparence, choisi parmi les alcools inférieurs, les glycols, les sucres et leurs mélanges.

30 15. Nanoémulsion selon la revendication 14, caractérisée en ce que l'additif est présent en une concentration allant de 0,5 à 20 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.

35 16. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle contient un actif cosmétique, dermatologique ou ophtalmologique.

40 17. Composition à usage topique, caractérisée en ce qu'elle contient une nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 16.

18. Support ophtalmique, caractérisé en ce qu'il contient une nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 16.

45 19. Composition pharmaceutique, caractérisée en ce qu'elle contient une nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 16.

20. Utilisation cosmétique de la nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, pour le soin, le traitement et/ou le maquillage de la peau, du visage et/ou du cuir chevelu.

5 21. Utilisation cosmétique de la nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, pour le soin et/ou le traitement des cheveux.

22. Procédé cosmétique de soin et/ou d'hydratation de la peau, des muqueuses et/ou du cuir chevelu, caractérisé en ce que qu'on applique sur la peau, les 10 muqueuses et/ou sur le cuir chevelu une nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 16.

15 23. Utilisation de la nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, pour la fabrication d'une composition dermatologique destinée au traitement de la peau sèche.

24 Utilisation de la nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, pour la fabrication d'une composition ophtalmologique.

20 25. Procédé de préparation d'une nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, consistant à mélanger la phase aqueuse et la phase huileuse sous agitation vive, à une température ambiante allant de 10 à 80°C, puis à effectuer une homogénéisation à une pression allant de  $6.10^7$  Pa à  $18.10^7$  Pa.

25 26. Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que le cisaillement va de  $2.10^6$  s<sup>-1</sup> à  $5.10^8$  s<sup>-1</sup>.

REPUBLIQUE FRANÇAISE

2787325

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement

national

FA 567230  
FR 9815949

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS  |  | Revendications concernées de la demande examinée |
|--|--|--|
| Catégorie  | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes  |  |
| D, A   | EP 0 728 460 A (L'OREAL)<br>28 août 1996 (1996-08-28)<br>* revendications 1-25 * |  |
|  |  | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHES (Int.CL.6)     |
|  |  | A61K<br>B01F                                     |
| 1  |  |  |
|  | Date d'achèvement de la recherche  | Examinateur                                      |
|  | 24 août 1999   | Fouquier, J-P                                    |
| CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES  |  |  |
| X : particulièrement pertinent à lui seul<br>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br>A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général<br>O : divulgation non écrite<br>P : document intercalaire   |  |  |
| T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons<br>.....<br>& : membre de la même famille, document correspondant |  |  |